

## SILICONE GREASE COMPOSITION

Patent Number: JP2153995 (*=Publ. Notice No. 6-39591*)

Publication date: 1990-06-13

Inventor(s): TAKAHASHI TAKAYUKI; others: 01

Applicant(s): SHIN ETSU CHEM CO LTD

Requested Patent: JP2153995

Application Number: JP19880307513 19881205

Priority Number(s):

IPC Classification: C10M169/02

EC Classification:

Equivalents: JP2048094C, JP6039591B

### Abstract

PURPOSE: To obtain the subject composition for heat dissipation having low oil repellency and especially excellent in thermo-conductivity by blending an organopolysiloxane with powdery aluminum nitride of spherical hexagonal system in a specified ratio.

CONSTITUTION: The objective composition is composed of (A) 100 pts. wt. organopolysiloxane represented by the formula [R is 1-18C (preferably 6-14C) monovalent hydrocarbon; a is 1.8-2.3] and (B) 100-900 pts. wt. powdery aluminum nitride of spherical hexagonal system with 0.5-5μm average particle size. In addition viscosity of the component (A) is required to be 50-500,000cs, especially preferably 100-100,000cs at 25 deg.C.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 特許公報 (B2)

(11)特許出願公告番号

特公平6-39591

(24) (44)公告日 平成6年(1994)5月25日

(51)Int.Cl.  
C 10 M 169/02  
// (C 10 M 169/02  
107:50  
113:08)  
C 10 N 10:06

識別記号 庁内整理番号  
9159-4H

F I

技術表示箇所

請求項の数1(全6頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願昭63-307513  
(22)出願日 昭和63年(1988)12月5日  
(65)公開番号 特開平2-153995  
(43)公開日 平成2年(1990)6月13日

(71)出願人 99999999  
信越化学工業株式会社  
東京都千代田区大手町2丁目6番1号  
(72)発明者 高橋 幸行  
群馬県安中市磯部2-13-1 信越化学工  
業株式会社シリコーン電子材料技術研究所  
内  
(72)発明者 桑田 敏  
群馬県安中市磯部2-13-1 信越化学工  
業株式会社シリコーン電子材料技術研究所  
内  
(74)代理人 弁理士 滝田 清暉

審査官 西川 和子

(54)【発明の名称】シリコーングリース組成物

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】一般式

R<sub>a</sub>S<sub>i</sub>O<sub>4-a</sub>

で表されるオルガノポリシロキサン100重量部と、平均粒径が0.5~5μmであって球状六方晶系の窒化アルミニウム粉末100~900重量部とから成るシリコーングリース組成物；一般式中、Rは炭素数1~18の飽和又は不飽和の一価の炭化水素基の群から選択される一種若しくは二種以上の基であり、aは1.8~2.3である。

【発明の詳細な説明】

【産業上の利用分野】

本発明はシリコーングリース組成物に関し、特に熱伝導性に優れた放熱用シリコーングリース組成物に関する。

2

《従来の技術》

従来から、シリコーンオイルをベースとした放熱用グリースとして亜鉛華やアルミナ粉末を増稠剤として使用したもののが知られている（特公昭52-33272、特公昭59-52195）。又、近年、更に熱伝導率の向上を達成し得る増稠剤として窒化アルミニウムが開発されている（例えば特公昭60-14792及び特公昭57-36302）。

《発明が解決しようとする課題》

しかしながら、窒化アルミニウムのオイル保持力が十分でないため、従来においてはシリコーンオイル中に含有せしめることのできる窒化アルミニウムの量は極めて限られており、従って、窒化アルミニウム自身の熱伝導性は良いものの、シリコーングリース組成物としての熱伝導性についてあまり改善がなされていない。例えば特

公昭60-14792号公報に記載された発明においては、シリコーンオイル100重量部に対して、窒化アルミニウム粉末を50~95重量部添加するが、これでは添加量が少なく十分な熱伝導率の向上を期待することができない。

又、特公昭57-36302号公報に記載された発明においては、薄片状窒化アルミニウム粉末が任意成分となっているが、オイル保持力を向上させる目的で球状シリカファイバーを必須成分としているため、窒化アルミニウム粉末の含有量が低下せざるを得ず、やはり十分な熱伝導率の向上を期待することはできない。

本発明者等は、従来のかかる欠点を解決すべく鋭意研究の結果、特定のオルガノポリシロキサンと一定粒径範囲の球状六方晶系窒化アルミニウム粉末とを組み合わせることにより、シリコーンオイル中に極めて多量の窒化アルミニウムを含有せしめることができるを見い出し本発明に到達した。

従って本発明の目的は、離油度が小さく、熱伝導性の良好なシリコーングリース組成物を提供することにある。

#### 《課題を解決するための手段》

本発明の上記の諸目的は一般式



で表されるオルガノポリシロキサン100重量部と、平均粒径が0.5~5μmである球状六方晶系の窒化アルミニウム粉末100~900重量部とから成るシリコーングリース組成物によって達成された。

本発明における第一成分としてのオルガノポリシロキサンは、



において、Rは炭素数1~18より成る、飽和又は不飽和の一価の炭化水素基の群から選択される一種若しくは二種以上の基である。このような基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基などの飽和炭化水素基、ビニール基、フェニル基、クロロフェニル基などの不飽和炭化水素基等が挙げられるが、特にメチル基、フェニル基及び炭素数6~14のアルキル基等が好ましい。

又、aは1.8~2.3である。

本発明で使用するオルガノポリシロキサンの粘度は、シリコーングリース組成物として要求される稠度及び熱伝導性の観点から25°Cで、50~500,000csであることが必要であり、特に100~100,000csであることが好ましい。

本発明においては、シリコーングリース組成物に熱伝導

性を付与する窒化アルミニウム粉末として、特にオイル保持力に優れた球状六方晶系窒化アルミニウム粉末を第二成分として使用する。この場合上記窒化アルミニウム粉末の平均粒径を0.5μm以下とすると、増稠効果が大きすぎて稠度の低い(硬い)グリースとなり、使用上好ましいグリースが得られない。従って、平均粒径が0.5μm以下の球状六方晶系粉末を用いて使用上好ましいグリースとするためには、窒化アルミニウム粉末の含有量を少なくせねばならず、少なくすれば、当然のことながら本来の目的である熱伝導性が乏しいものとなるので好ましくない。又、平均粒径が5μmよりも大きい場合には、でき上がったグリースの均一性が乏しく、グリースとしての安定性が悪い上離油度が大きくベースオイルの分離も激しいものとなるので好ましくない。従って本発明においては、使用する球状六方晶系の平均粒径を0.5~5μmとすることが必要である。

本発明のグリースを製造するには、前記第一成分及び第二成分を計量し、プラネタリーミキサー等の混合機にて混合する。又、必要に応じて酸化防止剤等の公知の第三成分を添加しても良い。混合は、例えば加圧下又は減圧下で加熱混合を行ったのち、三本ロールなどの混練り機で十分に混練りすることによって行うことができる。

上記の如くして製造した本発明のグリースは離油度(JIS-K-2220による)は、120°C/24時間の条件で0~0.8%と非常に少く、また、真空理工(株)製TCW-1,000型熱線法熱伝導率計によれば、従来のグリースの熱伝導率が1.0~2.0×10<sup>-3</sup>cal/cm·sec°Cであるのに対して、本発明のグリースの場合には2.5~5.5×10<sup>-3</sup>cal/cm·sec°Cと、

30 大巾にその熱伝導性を改良することができる。

#### 《発明の効果》

以上のようにして得られた本発明のシリコーングリース組成物は、離油度が小さくオイル分離量が少ない上、熱伝導性も良好であり、従来の熱伝導性グリースよりもはるかに優れた性能を有する。

#### 《実施例》

以下、本発明を実施例によって更に詳述するが、本発明はこれによって限定されるものではない。

実施例1~9.

40 表1に示す粘度を有する、後記各種のオルガノポリシロキサン100重量部をベースオイルとし、このベースオイルに、同表に示す平均粒径を有する球状六方晶系窒化アルミニウム粉末を同表に示す量、計量して添加し、プラネタリーミキサーで30分間両者を十分に混合した後、三本ロールによる混練りを3回実施して本発明のシリコーングリース組成物を調整した。

表-1

実 施 例 No	配 合 (部)		
	ベースオイル (100 重量部)	窒化アルミニウム粉末	
		平均粒径 ( $\mu$ m)	添加量 (重量部)
1	500	1.0	233
2	100	2.0	300
3	10,000	4.0	150
4	90,000	5.0	150
5	450	1.0	233
6	1,000	0.5	400
7	100	5.0	567
8	400	4.0	150
9	400	0.5	186

尚、表1で使用したベースオイルは各々下記のものである。

実施例1～4：両末端トリメチルシリル基封鎖ジメチルポリシロキサン

実施例5～7：両末端トリメチルシリル基封鎖ジメチルデシルメチルポリシロキサン（デシル基25モル%）

実施例8～9：両末端トリメチルシリル基封鎖ジメチルジフェニルポリシロキサン（フェニル基25モル%）

得られた何れの試料も、外観は淡灰色で滑らかな表面を

しており均一なグリース状であった。又、120°C、24時間後の離油度は低く、極めて良好であった。

各試料について真空理工（株）製TCW-1,000型熱伝導率測定装置（熱線法）を用いて各々の熱伝導率を測定した結果は表-2に示した通りである。

表-2の結果は、本発明のシリコーングリース組成物の熱伝導率が、後記比較例で代表される従来からのグリースに比べ、格段に優れていることを実証している。

表-2

実 施 例 No	稠 度		離油度	熱伝導率
	未混和	混和	(%) 〔120 °C 24HR〕	cal / cm, sec. °C
1	297	300	0	$3.5 \times 10^{-3}$
2	280	291	0	$4.0 \times 10^{-3}$
3	320	340	0	$2.5 \times 10^{-3}$
4	285	298	0	$2.5 \times 10^{-3}$
5	394	391	0.01	$3.0 \times 10^{-3}$
6	340	355	0	$5.0 \times 10^{-3}$
7	290	298	0	$5.5 \times 10^{-3}$
8	360	354	0.8	$2.5 \times 10^{-3}$
9	330	345	0.5	$3.0 \times 10^{-3}$

尚、表中の稠度及び離油度の測定はJIS-K-2220によって行った。  
比較例1~6.

表-3に示す如く、ベースオイルと増稠剤を用いて実施例の場合と同様にして試料を作製した。

表-3

比 較 例 No	配 合 (部)		
	ベースオイル (100 重量部)	增 稠 剤	
		種類、平均 粒径 ( $\mu\text{m}$ )	添加量 (重量部)
1	500	窒化アルミ 0.1	95
2	100	窒化アルミ 0.1	233
3	450	窒化アルミ 11.0	300
4	100	亜鉛華 2.0	300
5	400	亜鉛華 2.0	233
6	400	アルミナ 5.0	233

得られた各試料について各々、稠度、離油度及び熱伝導率を実施例の場合と同様に測定した。

比較例No.1のグリースは、滑らかさは良好であるが、窒化アルミニウム粉末の添加量が少ないため十分な熱伝導率が得られなかった。

比較例No.2のグリースは硬くなりすぎ、伸展性に乏しく使用に耐えられないものとなった。

比較例No.3のグリースは、熱伝導率は良好な値を示したがグリースとしての均一性に欠け、放置後のオイル分離が激しいものとなった。

比較例No.4及び5のグリースは従来からの亜鉛華粉末を使用したものであるが、何れの場合も、グリースの均一性は優れているものの熱伝導率は低いものであった。

比較例No.6のグリースは、アルミナ粉末を使用したものであるが、熱伝導率は亜鉛華の場合と同程度の低いものであり、比較的オイル分離量の多いものであった。

これらの結果をまとめると表-4に示す如くであり、何れの試料の性能も実施例によって得られた本願発明のシリコーングリース組成物の性能より格段に劣ることが確認された。

表 - 4

比 較 例 No	稠 度		離油度	熱伝導率
	未混和	混和	(%) [120 °C 24 HR]	ca $\ell / \text{cm}^2 \text{ sec. } ^\circ\text{C}$
1	250	265	1.3	$1.5 \times 10^{-3}$
2	120	135	0.8	—
3	400	425	4.0	$3.0 \times 10^{-3}$
4	365	380	0.5	$1.9 \times 10^{-3}$
5	300	320	1.3	$1.2 \times 10^{-3}$
6	350	385	1.5	$1.8 \times 10^{-3}$

尚、使用したベースオイルは、比較例1及び2の場合には共に両末端トリメチルシリル基封鎖ジメチルポリシロキサン、比較例3及び4の場合には、両末端トリメチルシリル基封鎖ジメチルデシルメチルポリシロキサン（デシル基25モル%）、比較例5及び6の場合には、両末\*

\*端トリメチルシリル基封鎖ジメチルフェニルポリシロキサン（フェニル基25モル%）である。

以上の実施例、比較例の結果は、本発明の熱放射用シリコーングリース組成物の性能が、従来品に比して格段に優れていることを実証するものである。

---

#### フロントページの続き

(51) Int.CI. <sup>3</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 10 N 20:06	Z 8217-4H			
30:00	Z 8217-4H			
30:08				
50:10				